

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/005966

International filing date: 29 March 2005 (29.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-096812
Filing date: 29 March 2004 (29.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 28 April 2005 (28.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

06. 4. 2005

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 4 年 3 月 2 9 日
Date of Application:

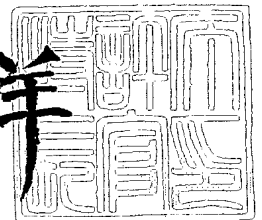
出 願 番 号 特 願 2 0 0 4 - 0 9 6 8 1 2
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 9 6 8 1 2]

出 願 人 京セラ株式会社
Applicant(s):

2 0 0 4 年 1 2 月 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川 洋



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 1 0 9 3 9 7

【書類名】 特許願
【整理番号】 0000347401
【提出日】 平成16年 3月29日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 B23B 27/14
【発明者】
 【住所又は居所】 鹿児島県川内市高城町 1 8 1 0 番地 京セラ株式会社鹿児島川内工場内
 【氏名】 石井 博規
【特許出願人】
 【識別番号】 000006633
 【住所又は居所】 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地
 【氏名又は名称】 京セラ株式会社
 【代表者】 西口 泰夫
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 005337
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

基体の表面に少なくとも炭窒化チタン層と、その上層として酸化アルミニウム層とを含む硬質被覆層を有する表面被覆部材において、該表面被覆部材の表面に硬質球を接触させた状態で該硬質球をころがしながら自転させるように前記表面被覆部材の前記硬質球接触部分を局所的に摩耗させて、中心に前記基体が露出するように前記硬質被覆層に球曲面の摩耗痕を形成させるカロテストを行い、前記摩耗痕を観察した際、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される前記炭窒化チタン層に、クラックが存在しないか／もしくは平均クラック間隔が広い下部組織と、該下部組織の外周位置に観察されて前記下部組織よりも平均クラック間隔が狭い上部組織とが存在することを特徴とする表面被覆部材。

【請求項 2】

前記カロテストの摩耗痕観察において、前記炭窒化チタン層の下部組織中に観察される平均クラック間隔 x と上部組織中に観察される平均クラック間隔 y の関係式 y/x が 0.5 以下（ただし、下部組織にクラックがない場合は $x = \text{無限大}$ 、 $y/x = 0$ とする）であることを特徴とする請求項 1 記載の表面被覆部材。

【請求項 3】

前記下部組織における平均クラック間隔が $80 \mu\text{m}$ 以上であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の表面被覆部材。

【請求項 4】

前記炭窒化チタン層が、前記摩耗痕中心に存在する露出した基体の周囲に観察されてクラックが存在しないか／もしくは平均クラック間隔が広い下部炭窒化チタン層と、該下部炭窒化チタン層の周囲に観察されて前記下部炭窒化チタン層よりも平均クラック間隔が狭い上部炭窒化チタン層との複数層からなることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の表面被覆部材。

【請求項 5】

前記下部炭窒化チタン層の膜厚 t_1 が $1 \mu\text{m} \leq t_1 \leq 10 \mu\text{m}$ 、前記上部炭窒化チタン層の膜厚 t_2 が $0.5 \mu\text{m} \leq t_2 \leq 5 \mu\text{m}$ で、かつ、 $1 < t_1/t_2 \leq 5$ の関係を満たすことを特徴とする請求項 4 に記載の表面被覆部材。

【請求項 6】

前記炭窒化チタン層中の炭窒化チタン粒子が前記基体表面に対して垂直に伸びる筋状組織からなるとともに、前記上部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅が前記下部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅より大きいことを特徴とする請求項 4 または 5 に記載の表面被覆部材。

【請求項 7】

前記炭窒化チタン層中の前記上部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_2 が $0.2 \sim 1.5 \mu\text{m}$ であり、かつ、前記下部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_1 と前記上部炭窒化チタン層の平均結晶幅 w_2 との比 (w_1/w_2) が 0.7 以下であることを特徴とする請求項 6 記載の表面被覆部材。

【請求項 8】

前記炭窒化チタン層を $\text{Ti}(\text{C}_{1-x}\text{N}_x)$ と表したとき、前記下部炭窒化チタン層における x が $0.55 \sim 0.80$ 、前記上部炭窒化チタン層における x が $0.40 \sim 0.55$ の組成からなることを特徴とする請求項 4 乃至 7 のいずれかに記載の表面被覆部材。

【請求項 9】

請求項 1 乃至 8 のいずれか記載の表面被覆部材を具備する表面被覆切削工具。

【書類名】明細書

【発明の名称】表面被覆部材および表面被覆切削工具

【技術分野】

【0001】

本発明は、硬質被覆層を表面に被着形成した表面被覆部材に関し、特に鋳鉄の断続切削等の大きな衝撃が切刃にかかるような切削に際しても、優れた耐チップング性および耐欠損性を有する表面被覆切削工具に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、金属の切削加工に広く用いられている切削工具は、超硬合金やサーメット、セラミックス等の基体の表面に、炭化チタン (TiC) 層、窒化チタン (TiN) 層、炭窒化チタン (TiCN) 層および酸化アルミニウム (Al₂O₃) 層等の硬質被覆層を複数層被着形成した表面被覆切削工具が多用されている。

【0003】

かかる表面被覆切削工具においては、最近の切削加工の高能率化に従って金属の重断続切削等の大きな衝撃が切刃にかかるような過酷な切削条件で使われるようになっており、従来の工具では硬質被覆層が突発的に発生する大きな衝撃に耐えきれず、チップングや硬質被覆層が剥離にて基体が露出してしまい、これが引き金となって切刃に大きな欠損や異常摩耗が発生して工具寿命の長寿命化ができないという問題があった。

【0004】

そこで、特許文献1には、筋状炭窒化チタン結晶（縦長成長炭窒化チタン結晶）からなる炭窒化チタン層を設けるとともに、その間を粒状の窒化チタン層で分割することにより、層間剥離を抑制できることが記載され、工具の耐欠損性が向上すると記載されている。

【特許文献1】特許第3230372号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、上記特許文献1に記載された炭窒化チタン層の構成によっても、耐欠損性は不十分であり、特に重断続切削等の突発的に大きな衝撃がかかるような切削においては依然として切刃のチップングによる異常摩耗や突発欠損等が発生し、工具寿命が短くなっていた。

【0006】

また、炭窒化チタン層の結晶幅を単純に小さくしたり、大きくしたりしても、耐摩耗性または耐欠損性のいずれかが悪化して、突発欠損やチップングの発生による異常摩耗が発生したり、摩耗が進行しやすい等の問題が発生して硬質被覆層全体の最適化がうまくいかず工具寿命には限界があった。

【0007】

従って、本発明は上記課題を解決するためになされたもので、その目的は、断続切削等の突発的に工具切刃に強い衝撃がかかるような過酷な切削条件においても、チップングや欠損が発生することなく、優れた耐チップング性および耐欠損性を有するとともに、耐摩耗性にも優れる長寿命の切削工具を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者は、上記課題に対して検討した結果、基体の表面に少なくとも炭窒化チタン層およびその上層に酸化アルミニウム層を含む硬質被覆層を有する表面被覆切削工具において、いわゆるカロテストの摩耗痕を観察すれば前記硬質被覆層の部分的な耐摩耗性および耐欠損性の分布を評価することができることを知見した。

【0009】

そして、その摩耗痕を観察した際に、前記摩耗痕の中心に存在する露出した基体の周囲に観察される炭窒化チタン層におけるクラックの発生密度、すなわち平均クラック間隔が

最適な状態となる場合には、炭窒化チタン層と上層の酸化アルミニウム層との間に発生する残留応力を開放して、例えば断続切削時において例えば突発的に大きな衝撃が硬質被覆層にかかるような場合であっても新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層がチッピングしたり欠損したりすることなく衝撃を吸収できるとともに、クラックの生成しにくい炭窒化チタン層の下部組織が存在することによって、上部組織にて生成したクラックの進展が阻害されるために炭窒化チタン層または硬質被覆層全体がチッピングや剥離することなく、結果的に硬質被覆層全体のチッピングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層全体の耐摩耗性が向上することを発明した。

【0 0 1 0】

すなわち、本発明の表面被覆部材は、基体の表面に少なくとも炭窒化チタン層と、その上層として酸化アルミニウム層を含む硬質被覆層を有する表面被覆部材において、該表面被覆部材の表面に硬質球を接触させた状態で該硬質球をころがしながら自転させるように前記表面被覆部材の前記硬質球接触部分を局所的に摩耗させて、中心に前記基体が露出するように前記硬質被覆層に球曲面の摩耗痕を形成させるカロテストを行い、前記摩耗痕を観察した際に、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層が、クラックが存在しないか、または平均クラック間隔が広い下部組織と、該下部組織の外周位置に観察されて前記下部組織よりも平均クラック間隔が狭い上部組織とが存在することを特徴とするものである。

【0 0 1 1】

また、前記カロテストの摩耗痕観察において、前記炭窒化チタン層の下部組織中に観察される平均クラック間隔 x に対する上部組織中に観察される平均クラック間隔 y の関係式 y/x が 0.5 以下であることが、炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層との密着性を高めることができるとともに、炭窒化チタン層自身のクラックの進展を抑制することもできる結果、硬質被覆層全体の耐チッピング性、耐欠損性が向上するとともに、耐摩耗性が維持されるために望ましい。

【0 0 1 2】

さらに、前記下部組織における平均クラック間隔が $80\ \mu\text{m}$ 以上であることが、硬質被覆層の強度が高まり、耐欠損性、耐チッピング性に優れるため望ましい。

【0 0 1 3】

ここで、前記炭窒化チタン層が、前記摩耗痕中心に存在する露出した基体の周囲に観察されてクラックが存在しないか／もしくは平均クラック間隔が広い下部炭窒化チタン層と、該下部炭窒化チタン層の周囲に観察されて前記下部炭窒化チタン層よりも平均クラック間隔が狭い上部炭窒化チタン層との複数層が存在することが、炭窒化チタン層の上部にて生成したクラックが止まることなく進展して下部にまで達してしまうことを防止する効果が高く、チッピングや欠損を確実に抑制できる点で望ましい。

【0 0 1 4】

また、前記下部炭窒化チタン層の膜厚 t_1 が $1\ \mu\text{m} \leq t_1 \leq 10\ \mu\text{m}$ 、前記上部炭窒化チタン層の膜厚 t_2 が $0.5\ \mu\text{m} \leq t_2 \leq 5\ \mu\text{m}$ で、かつ、 $1 < t_1/t_2 \leq 5$ の関係を満たすことが、前記炭窒化チタン層と前記酸化アルミニウム層との密着性を高め、前記炭窒化チタン層自身のクラックの進展を抑制することもでき、前記硬質被覆層全体の耐衝撃性を高めて、工具全体としてのチッピングや欠損を防止し、かつ高い耐摩耗性を維持することができるために望ましい。

【0 0 1 5】

さらに、前記炭窒化チタン層が前記基体表面に対して垂直に伸びる筋状組織の炭窒化チタン粒子からなるとともに、前記上部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅が前記下部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅より大きいことが望ましく、上部炭窒化チタン層に生成したクラックが下部炭窒化チタン層に進展することを抑制できるとともに、酸化アルミニウム層と炭窒化チタン層との残留応力を低減してクラックの発生を最小限に抑えて両者間の付着力を制御できるとの効果を奏する。これによって、硬質被覆層の耐摩耗性と耐剥離性を高めて、工具全体としての耐摩耗性と耐欠損性を最

適な状態にすることができるために望ましい。

【0016】

なお、この場合には、前記炭窒化チタン層中の前記上部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_2 が $0.2 \sim 1.5 \mu\text{m}$ であり、かつ、前記下部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_1 と前記上部炭窒化チタン層の平均結晶幅 w_2 との比 (w_1/w_2) が 0.7 以下であることが、炭窒化チタン結晶自身の耐欠損性および耐チップング性を高めることができるとともに、酸化アルミニウム層との付着力を制御して、硬質被覆層全体としての耐摩耗性および耐欠損性を高めるために望ましい。

【0017】

また、前記炭窒化チタン層を $\text{Ti}(\text{C}_{1-x}\text{N}_x)$ と表したとき、前記下部炭窒化チタン層における x が $0.55 \sim 0.80$ 、前記上部炭窒化チタン層における x が $0.40 \sim 0.55$ の組成からなることが、基体上部炭窒化チタン層に生成したクラックが下部炭窒化チタン層に進展することを抑制し、硬質被覆層の耐チップング性および耐欠損性を高め、高い耐摩耗性を維持することができるために望ましい。

【0018】

なお、上記表面被覆部材は、掘削工具、切削工具、刃物等の工具や金型や摺動部材等の耐摩材等の耐摩耗性および耐欠損性が要求される構造材に好適に利用可能であるが、特に切削工具として用いた際に耐摩耗性および耐欠損性を両立した優れた切削性能を発揮するものである。

【発明の効果】

【0019】

本発明の表面被覆部材は、基体の表面に少なくとも炭窒化チタン層およびその上層に酸化アルミニウム層を含む硬質被覆層を有する表面被覆部材において、いわゆるカロテストの摩耗痕を観察すれば前記硬質被覆層の部分的な耐摩耗性および耐欠損性の分布を評価することができる。

【0020】

その摩耗痕の観察にて、前記摩耗痕の中心に存在する露出した基体の周囲に観察される炭窒化チタン層が、クラックが存在しないか、または平均クラック間隔が広い下部組織と、該下部組織の周囲に観察されて前記下部組織よりも平均クラック間隔が狭い上部組織とが存在する、すなわち、上部組織に優先的にクラックが生成する構成により炭窒化チタン層と上層の酸化アルミニウム層との間に発生する残留応力を開放することができる。

【0021】

その結果、切削工具としての耐欠損性を高めることができ、特にねずみ鋳鉄 (FC 材) やダクタイル鋳鉄 (FCD 材) のような高硬度黒鉛粒子が分散した鋳鉄等の金属の重断続切削等のような工具切刃に強い衝撃がかかる過酷な切削条件や、連続切削条件、さらにはこれら断続切削と連続切削とを組み合わせた複合切削条件において、例え突発的に大きな衝撃が硬質被覆層にかかったときであっても新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層がチップングしたり欠損したりすることなく上部組織を中心として衝撃を吸収できるとともに、クラックの生成しにくい炭窒化チタン層の下部組織が存在することによって上部組織にて生成したクラックの進展が阻害されるために炭窒化チタン層がチップングや剥離することがなく、結果的に硬質被覆層全体のチップングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層全体の耐摩耗性が維持される、優れた耐チップング性および耐欠損性を有する切削工具が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

本発明の表面被覆部材の好適例である表面被覆切削工具の一例について、カロテストの摩耗痕の金属顕微鏡像である図 1 ((a) は本発明例、(b) は比較例)、硬質被覆層を含む破断面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である図 2 を基に説明する。

【0023】

図 1、2 によれば、表面被覆切削工具 (以下、単に工具と略す。) 1 は、炭化タングス

テン(WC)と、所望により周期律表第4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物の群から選ばれる少なくとも1種からなる硬質相をコバルト(Co)および/またはニッケル(Ni)等の鉄属金属からなる結合相にて結合させた超硬合金や、Ti基サーメット、または窒化ケイ素、酸化アルミニウム、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素等のセラミックスのいずれかからなる基体2の表面に硬質被覆層3を化学蒸着法(CVD)にて被着形成したものである。

【0024】

本実施態様によれば、図2に示すように、硬質被覆層3として少なくとも炭窒化チタン(TiCN)層4およびその上層として酸化アルミニウム層6を有している。また、図1はカロテストの摩耗痕7を金属顕微鏡または走査型電子顕微鏡(図1は金属顕微鏡写真)により例えば倍率4~50倍(図1では5倍)で観察したものである。

【0025】

ここで、本発明の評価項目として規定するカロテストとは、図3に示すように、工具1の表面、すなわち硬質被覆層3の表面に金属製または超硬合金製の硬質球13を接触させた状態で硬質球13を支持する支持棒14を回転させて硬質球13をころがしながら自転させることによって、工具1を局所的に摩耗させ、図1に示すように摩耗痕7の中心に基体2が露出するように硬質被覆層3を球曲面に摩耗させたものであり、一般的にはこの摩耗痕7中に観察される硬質被覆層3の各層の幅を観察することによって各層の膜厚を見積もる方法である。

【0026】

本発明によれば、上記カロテストの摩耗痕7として、摩耗痕7の中心に基体2が露出するように硬質被覆層3を球曲面に摩耗させた状態としたものであり、この摩耗痕7中に含まれる硬質被覆層3の各層の摩耗、剥離、クラック5の進展状態等を各層ごとに観察することにより、硬質被覆層3の性状および特性を評価できることを見出したものである。

【0027】

本発明によれば、図1のようなカロテストの摩耗痕7の観察において、(a)のように摩耗痕7の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層4に、クラックが存在しないか/もしくは平均クラック間隔が広い下部組織11と、下部組織11の外周位置に観察されて下部組織11よりも平均クラック間隔狭い上部組織12とが存在することが大きな特徴である。

【0028】

ここで、本発明における平均クラック間隔とは、図1に示されるように、カロテスト摩耗後金属顕微鏡写真にて摩耗痕表面を観察した際に、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層4に観察されるクラック5について、インタセプト法の基本思想に基づき、写真上に任意の線Lを引いたときのクラック間の距離の平均をさす。具体的には、まず写真上に任意の円cを描き、この円cの円周上に存在するクラック5の数を観察する。そして、円周長さLを上記円周上に存在するクラック5の数で割った長さを平均クラック間隔(クラック間の距離の平均)とする。なお、このとき、下部組織11にクラックが存在しない場合は $x = \text{無限大}$ 、 $y/x = 0$ として計算する。

【0029】

上記構成によって、例えば突発的に大きな衝撃が硬質被覆層3にかかったとき、従来工具ではコーティング後の冷却時に酸化アルミニウム層6と炭窒化チタン層4との熱膨張係数差に起因する残留応力が存在する界面部分から剥離するような場合であっても、炭窒化チタン層4の表面側である上部組織12に優先的にクラック5が発生することによって応力解放されて、新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層3がチッピングしたり欠損したりすることなく衝撃を吸収できるとともに、クラック5の生成しにくい炭窒化チタン層4の下部組織11が存在することによって、上部組織12にて生成したクラック5の進展が阻害されるために炭窒化チタン層4がチッピングや剥離することがない。それゆえ、硬質被覆層3全体のチッピングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層3全体の耐摩耗性が向上する結果、優れた耐欠損性および耐チッピング性を有する工具1が得られる。

【0030】

すなわち、摩耗痕 7 の観察において、TiCN 層 4 の上部組織 12 にクラック 5 がないと炭窒化チタン層 4 と酸化アルミニウム層 6 との間の残留応力が解放されず、硬質被覆層 3 に大きな衝撃が加わった場合に炭窒化チタン層 4 と酸化アルミニウム層 6 のいずれか、または両方に大きなクラック 5 が一気に進展して硬質被覆層 3 に大きなチッピングが発生したり、突発欠損したりしやすくなる。また、図 1 (b) のように炭窒化チタン層 4 全体においてクラック 5 の生成割合が同じ、すなわち、クラック間隔が炭窒化チタン層 4 全体にわたって一様であると、上記酸化アルミニウム層 6 との残留応力に起因する切削前に内在したクラックや切削中の衝撃によって発生したクラック 5 が炭窒化チタン層 4 全体に早期に進展してしまい、この場合にも硬質被覆層 3 にチッピングが発生したり、欠損したりしやすくなる。

【0031】

ここで、基体 2 の露出した部分の大きさが大きすぎたり、小さすぎたりすると、炭窒化チタン層 4 中のクラック 5 を正確に観察することができない場合があるため、摩耗痕 7 中に露出する基体 2 の直径が摩耗痕 7 全体の直径の 0.1 倍～0.6 倍になるようにカロテストの摩耗条件（時間、硬質球の種類、研磨剤等）を調節するのがよい。

【0032】

また、カロテストの摩耗痕観察において、炭窒化チタン層 4 の上部組織中に観察される平均クラック間隔 x に対する下部組織 11 中に観察される平均クラック間隔 y の関係式 x/y が 0.5 以下、特に 0.2 以下であることが望ましく、これによって炭窒化チタン層 4 のクラックの生成割合を最適化することができることから、炭窒化チタン層 4 と酸化アルミニウム層 6 との密着性を高めることができるとともに、炭窒化チタン層 4 自身のクラックの進展を抑制することもできる。その結果、硬質被覆層 3 全体の耐チッピング性、耐欠損性が向上し、かつ、工具 1 の耐摩耗性が維持される。

【0033】

さらに、下部組織 11 におけるクラック間隔が $80\mu\text{m}$ 以上、特に $100\mu\text{m}$ 以上、さらには $150\mu\text{m}$ 以上であることが、炭窒化チタン層 4 の下部組織 11 がクラックの進展しにくい組織構造となるため、炭窒化チタン層 4 の強度が高まり、硬質被覆層 3 全体の耐欠損性、耐チッピング性が向上するため望ましい。

【0034】

また、図 1 の工具 1 の破断面における走査型電子顕微鏡像を示す図 2 によれば、炭窒化チタン層 4 が、摩耗痕 7 中心に存在する露出した基体 2 の外周位置に観察されてクラックが存在しないか／もしくは平均クラック間隔が広い下部炭窒化チタン層（以下、単に下部層と略す。）15 と、下部層 15 の周囲に観察されて下部層 15 よりも平均クラック間隔が狭い上部炭窒化チタン層（以下、単に上部層と略す。）16 との複数層が存在した状態となっており、この構成によって、炭窒化チタン層 4 の上部にて生成したクラック 5 が進展して下部にまで達してしまうことを効果的に防止して、確実に硬質被覆層 3 のチッピングや欠損を防止できる。

【0035】

ここで、上部層 16 の膜厚 t_2 が $0.5\mu\text{m} \leq t_2 \leq 5\mu\text{m}$ 、下部層 15 の膜厚 t_1 が $1\mu\text{m} \leq t_1 \leq 10\mu\text{m}$ で、かつ、 $1 < t_1/t_2 \leq 5$ の関係を満たすことが、炭窒化チタン層 4 と酸化アルミニウム層 6 との密着性を高め、かつ炭窒化チタン層 4 自身のクラック 5 の進展を抑制することもでき、硬質被覆層 3 全体の耐衝撃性を高めて、工具 1 全体としてのチッピングや欠損を防止し、かつ高い耐摩耗性を維持することができるために望ましい。

【0036】

また図 2 に示すように、炭窒化チタン層 4 中の炭窒化チタン粒子が基体 2 表面に対して垂直に伸びる筋状組織からなるとともに、上部層 16 が炭窒化チタン粒子の平均結晶幅 w_1 が大きい筋状組織からなり、下部層 15 が炭窒化チタン粒子の平均結晶幅 w_2 が小さい筋状組織からなることが、上部層 16 に生成したクラック 5 が下部層 15 に進展すること

を抑制できるとともに、酸化アルミニウム層 6 と炭窒化チタン層 4 との残留応力を低減してクラックの発生を最小限に抑えて両者間の付着力を制御できる。これによって、硬質被覆層 3 の耐摩耗性と耐剥離性を高めて、工具 1 全体としての耐摩耗性と耐欠損性を最適な状態にすることができるために望ましい。

【0037】

ここで、基体 2 表面に対して垂直に伸びる筋状組織の炭窒化チタン粒子とは、基体 2 との界面に対して垂直な方向の結晶長さ／平均結晶幅＝アスペクト比が 2 以上の結晶組織を指す。また、図 2 に示すような硬質被覆層 3 の断面組織観察にて、粒状炭窒化チタン結晶が 30 面積％以下の割合で混合した混晶であってもよい。

【0038】

なお、この場合には、炭窒化チタン層 4 中の上部層 16 における平均結晶幅 w_2 が $0.2 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 、特に $0.2 \sim 0.5 \mu\text{m}$ であり、かつ、下部層 15 における平均結晶幅 w_1 と上部層 16 の平均結晶幅 w_2 との比 (w_1 / w_2) が 0.7 以下、特に 0.5 以下であることが、炭窒化チタン層 4 自身の耐欠損性および耐チップング性を高めることができるとともに、酸化アルミニウム層 6 との付着力を制御して、硬質被覆層 3 全体としての耐摩耗性および耐欠損性を高めるために望ましい。

【0039】

また、本発明において筋状結晶からなる炭窒化チタン粒子の平均結晶幅を測定する方法としては、硬質被覆層 3 を含む断面について走査型電子顕微鏡写真観察を行い、炭窒化チタン層 4 の各高さ領域において基体 2 と硬質被覆層 3 との界面と平行な直線を引き（図 2 の線分 A、B 参照）、この線分上にある各粒子の幅の平均値、すなわち線分長さを、線分上を横切る粒界の数で割った値を平均結晶幅 w とする。

【0040】

また、炭窒化チタン層 4 を $\text{Ti}(\text{C}_{1-x}\text{N}_x)$ と表したとき、下部層 15 において x が $0.55 \sim 0.80$ 、上部層 16 において x が $0.40 \sim 0.55$ の組成からなることが、上部層 16 に生成したクラックが下部層 15 に進展することを抑制し、硬質被覆層 3 の耐チップング性および耐欠損性を高めるために望ましい。

【0041】

また、基体 2 と炭窒化チタン層 4 との間に最下層 17 として、炭窒化チタン層 4 と酸化アルミニウム層 6 との層間に中間層 18 として、多層に形成された炭窒化チタン層 4 の層間に炭窒化チタン層間層（図示せず）として、酸化アルミニウム層 6 の上層に、窒化チタン (TiN) 層、炭化チタン (TiC) 層、炭窒酸化チタン (TiCNO) 層、炭酸化チタン (TiCO) 層、窒酸化チタン (TiNO) 層の群から選ばれる少なくとも 1 層、最下層 18 では特に窒化チタン層を介装することによって、基体 2 の成分の拡散防止、硬質被覆層 3 の各層間密着力の向上、炭窒化チタン層 4、酸化アルミニウム層 6 の組織、結晶構造、密着力およびクラックの発生状態を制御する等が可能である。

【0042】

なお、酸化アルミニウム層 6 を α 型結晶構造とする場合には、炭窒化チタン層 4 と酸化アルミニウム層 6 との間に $0.2 \mu\text{m}$ 以下の炭酸化チタン (TiCO) 層、酸窒化チタン (TiNO) 層または炭酸窒化チタン (TiCNO) 層のいずれかよりなる中間層 8 を介装することにより安定して α 型結晶構造を成長させることができる。また、酸化アルミニウム層 6 の層厚は $3 \sim 8 \mu\text{m}$ であることが耐摩耗性、特に鋳鉄に対する耐摩耗性および耐溶着性を維持しつつ、膜剥離を防止して耐欠損性を高めることができる点で望ましい。

【0043】

また、炭窒化チタン層 4 と基体 2 の間に、付着力向上のおよび基体 2 成分の拡散による耐摩耗性の低下を防ぐため窒化チタン (TiN) 層からなる最下層 18 を被覆することが望ましい。また、最下層 18 の層厚は $0.1 \sim 2 \mu\text{m}$ の範囲であることが付着力の低下を防ぐ点で望ましい。

【0044】

また、硬質被覆層 3 の最表面層 19 として窒化チタン層を形成することによって、工具

1 が金色を呈するため、工具 1 を使用したときに変色して使用済みかどうかの判別がつきやすく、また、摩耗の進行を容易に確認できるため望ましい。

【0045】

なお、上記説明においては本発明の表面被覆部材を切削工具に応用した例について説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、例えば、掘削工具、金型や摺動部材等の耐摩材等の耐摩耗性および耐欠損性が要求される構造材に好適に利用可能である。

【0046】

(製造方法)

また、上述した表面被覆切削工具を製造するには、まず、上述した硬質合金を焼成によって形成しうる金属炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物等の無機物粉末に、金属粉末、カーボン粉末等を適宜添加、混合し、プレス成形、鑄込成形、押出成形、冷間静水圧プレス成形等の公知の成形方法によって所定の工具形状に成形した後、真空中または非酸化性雰囲気中にて焼成することによって上述した硬質合金からなる基体 2 を作製する。

【0047】

次に、上記基体 2 の表面を所望によって研磨加工した後、その表面に例えば化学気相蒸着 (CVD) 法によって硬質被覆層 3 を成膜する。筋状炭窒化チタン層 4 の成膜条件は、例えば、反応ガス組成として、体積%で塩化チタン (TiCl_4) ガスを 0.1~10 体積%、窒素 (N_2) ガスを 0~60 体積%、メタン (CH_4) ガスを 0~0.1 体積%、アセトニトリル (CH_3CN) ガスを 0.1~3 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 800~1100℃、5~85 kPa にて成膜する。

【0048】

ここで、本実施形態では、炭窒化チタン層の成膜前期 (下部層 11 の成膜) ではチャンバ内温度を 800~840℃の範囲にし、炭窒化チタン層の成膜後期 (上部層 12 の成膜) では、チャンバ内温度を 860~900℃とし、使用する反応ガス中のアセトニトリル (CH_3CN) ガスの混合割合を成膜前記に使用したアセトニトリルガスの混合割合よりも増やすことによって、下部層 11 よりも上部層 12 のクラック間隔を細かくすることができる。

【0049】

具体的には、炭窒化チタン層の成膜前期に使用するアセトニトリルガスの導入割合に対して炭窒化チタン層の成膜後期時に導入するアセトニトリルガスの割合を 1.5 倍以上とすることにより、より容易に組織制御が可能である。

【0050】

ここで、上記成膜条件のうち、反応ガス中のアセトニトリルガスの割合が 0.1 体積%より少ないと筋状炭窒化チタン結晶に成長させることができず粒状結晶となる。逆に反応ガス中のアセトニトリルガスの混合割合が 3 体積%を超えると炭窒化チタン結晶の平均結晶幅が大きくなって、その比を制御することができない。

【0051】

なお、反応ガス中のアセトニトリルガス導入量の変化に代えて、成膜温度を成膜前期よりも成膜後期において高めるといった方法によっても炭窒化チタン結晶の平均結晶幅を所定の構成に制御することが可能である。

【0052】

そして、本発明によれば、引き続き、酸化アルミニウム層 6 を成膜する。酸化アルミニウム層 6 の成膜方法としては、塩化アルミニウム (AlCl_3) ガスを 3~20 体積%、塩化水素 (HCl) ガスを 0.5~3.5 体積%、二酸化炭素 (CO_2) ガスを 0.01~5.0 体積%、硫化水素 (H_2S) ガスを 0~0.01 体積%、残りが水素 (H_2) ガスからなる混合ガスを用い、900~1100℃、5~10 kPa とすることが望ましい。

【0053】

また、窒化チタン (TiN) 層を成膜するには、反応ガス組成として塩化チタン (Ti

C14) ガスを 0.1~10 体積%、窒素 (N₂) ガスを 0~60 体積%、残りが水素 (H₂) ガスからなる混合ガスを順次調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 800~1100℃、5~85 kPa とすればよい。

【0054】

さらに、炭酸窒化チタン (TiCNO) 層を成膜するには、塩化チタン (TiCl₄) ガスを 0.1~3 体積%、メタン (CH₄) ガスを 0.1~10 体積%、二酸化炭素 (CO₂) ガスを 0.01~5 体積%、窒素 (N₂) ガスを 0~60 体積%、残りが水素 (H₂) ガスからなる混合ガスを順次調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を 800~1100℃、5~85 kPa とすればよい。

【0055】

このとき、上述した方法に加えて、上記化学蒸着法にて硬質被覆層を成膜した後 700℃までのチャンバの冷却速度を 12~30℃/分に制御することによって、炭窒化チタン層の組織を、上記カロテストにて所定のクラックが観察される組織に制御することができる。

【0056】

なお、本発明は上記実施態様に限定されるものではなく、例えば、上記説明においては成膜方法として化学蒸着 (CVD) 法を用いた場合について説明したが、硬質被覆層の一部または全部を物理蒸着 (PVD) 法によって形成したものであってもよい。

【実施例】

【0057】

平均粒径 1.5 μm の炭化タングステン (WC) 粉末に対して、平均粒径 1.2 μm の金属コバルト (Co) 粉末を 6 質量%、平均粒径 2.0 μm の炭化チタン (TiC) 粉末を 0.5 質量%、TaC 粉末を 5 質量%の割合で添加、混合して、プレス成形により切削工具形状 (CNMA120412) に成形した後、脱バインダ処理を施し、0.01 Pa の真空中、1500℃で 1 時間焼成して超合金を作製した。さらに、作製した超合金にブラシ加工にて刃先処理 (ホーニング R) を施した。

【0058】

そして、上記超合金に対して、CVD 法により各種の硬質被覆層を表 1 に示す条件で表 2 に示す構成の多層膜からなる硬質被覆層を成膜した試料 No. 1~7 の表面被覆切削工具を作製した。

【0059】

なお、表 2 中の試料 No. 7 は、表 1 の炭窒化チタン (TiCN) 層 5 の条件、すなわち、混合ガス中のアセトニトリル (CH₃CN) ガスの割合を連続的に増加させて炭窒化チタン層を傾斜組織としたものである。

【表 1】

被覆層	混合ガス組成(体積%)	混合ガス中のCH ₃ CN ガスの割合(体積%)	成膜温度 (°C)	圧力 (kPa)
最下層TiN	TiCl ₄ :0.5,N ₂ :33,H ₂ :残	-	900	16
TiCN1<c>	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	1.1	825	9
TiCN2<c>	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	1.5	840	9
TiCN3<c>	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	1.8	865	15
TiCN4<c>	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	1.7	900	15
TiCN5<c>	TiCl ₄ :1.0,N ₂ :40,H ₂ :残	1.1→1.8 (連続的に増加)	825~900 (連続的に昇温)	9
TiCNO	TiCl ₄ :0.7,CH ₄ :4,N ₂ :5,CO ₂ :0.01,H ₂ :残	-	1010	10
α-Al ₂ O ₃	AlCl ₃ :15,HCl:2,CO ₂ :4,H ₂ S:0.01,H ₂ :残	-	1005	6
最上層TiN	TiCl ₄ :0.5,N ₂ :44%,H ₂ :残	-	1010	80

【0060】

得られた工具について、硬質被覆層の断面を含む任意破断面または研磨面5カ所について走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真を撮り、各写真においてTiCN層の組織を観察した。このとき、炭窒化チタン層の総膜厚に対して基体側から総膜厚の1/5の高さ位置と酸化アルミニウム層(表面)側から総膜厚の1/5の高さ位置にそれぞれ図2に示すような線Aおよび線Bを引いて、それぞれの線分上を横切る粒界数を測定して炭窒化チタン結晶の結晶幅に換算した値を算出し、写真5ヶ所についてそれぞれ算出した結晶幅の平均値を平均結晶幅(w₁、w₂)として算出した。

【0061】

上記金属顕微鏡写真またはSEM写真にて炭窒化チタン層が単層か多層かを確認し、多層である場合には、上部層と下部層との膜厚t₂、t₁を測定し、関係式t₁/t₂の値を計算した。なお、炭窒化チタン層の観察において層境界が明確でない場合には、上記破断面を研磨して鏡面状態とし、さらにアルカリ赤血塩溶液(村上氏試薬:10%KOH+10%K₃Fe(CN)₆)によるエッチング処理を施した状態とし、これを金属顕微鏡またはSEMにて観察して多層か否かを判定した。結果は表2に示した。

【0062】

また、上記表面被覆切削工具の硬質被覆層のクラック状態を、下記条件で行ったカロテスト試験によって生じた摩耗痕を金属顕微鏡またはSEMにて観察し、カロテスト摩耗痕で観察される炭窒化チタン層の下部組織と上部組織におけるクラックの間隔x、yをそれぞれ測定した。

【0063】

装置: ナノテック社製CSEM-CALOTEST
鋼球

直径30mm球形鋼玉

ダイヤモンドペースト 1/4MICRON

摩耗痕中に露出する基体の直径が摩耗痕全体の直径に対して0.1~0.6倍、(今回の測定では0.3~0.7mm)となるように摩耗させた状態でクラックを観察した。なお、前記クラックの間隔については、下部組織と上部組織中に長さ200μmの任意直線をそれぞれ5本引いて、その直線とクラックの交点の数からクラック間隔x、y、およびその比y/xの値を算出した。結果は表2に示した。

【0064】

なお、図1(a)は試料No.2、図1(b)は試料No.5についてのカロテスト摩耗痕観察写真である。この写真において、母材2の外周に観察される炭窒化チタン層4の部分に任意の円cを描いて、円cの円周とクラックとが交わる交点pの数を見積もり、

クラック間隔＝円 c の円周長さ／交点 p の数
にてクラック間隔を見積もった例であり、

試料 No. 2

下部クラック間隔: $x = 1.82 \text{ mm} \div 4 \text{ 箇所} = 0.4550 \text{ mm}$

上部クラック間隔: $y = 2.81 \text{ mm} \div 37 \text{ 箇所} = 0.0759 \text{ mm}$

$y/x = 0.167$

試料 No. 5

下部クラック間隔: $x = 1.82 \text{ mm} \div 28 \text{ 箇所} = 0.0650 \text{ mm}$

上部クラック間隔: $y = 2.99 \text{ mm} \div 41 \text{ 箇所} = 0.0729 \text{ mm}$

$y/x = 1.122$

と算出した。この試料を含め全ての試料についてのクラック間隔の算出結果は表 2 に示した。

【0065】

さらに、硬質被覆層の付着力を、下記条件のスクラッチ試験によって測定した。結果は表 2 に示した。

【0066】

装置: ナノテック社製 CSEM-REVETEST

測定条件

テーブルスピード: 0.17 mm/sec

荷重スピード 100 N/min

圧子

円錐形ダイヤモンド圧子 (東京ダイヤモンド工具製作所社製ダイヤモンド接触子: N2-1487)

曲率半径: 0.2 mm

稜線角度: 120°

測定回数: 3 回以上 (平均値を算出)

【表 2】

試料 No	最下層	TiCN 層		中間層	Al ₂ O ₃ 層厚 (μm)	冷却速度 °C/分	クラック間隔			Al ₂ O ₃ 層の付着力 (N)
		下部層	上部層				x (μm)	y (μm)	y/x	
1	TiN (0.5)	TiCN1<c> (5.0)[0.3]	TiCN2<c> (2.0)[0.6]	TiNO (0.5)	2.5	29	111	53	0.48	44
2	TiN (0.6)	TiCN1<c> (6.0)[0.3]	TiCN4<c> (1.5)[1.0]	TiCNO (0.5)	2	24	455	76	0.17	48
3	TiN (0.7)	TiCN1<c> (4.0)[0.3]	TiCN3<c> (2.0)[0.8]	TiCNO (0.5)	2.5	21	>500	47	0	41
4	TiN (0.6)	TiCN1<c> (6.0)[0.3]	TiCN5<c> (4.0)[1.5]	TiCO (0.5)	3	12	166	100	0.60	46
* 5	TiN (0.6)	TiCN5<c> (4.0)[0.3]	TiCN5<c> (4.0)[2.0]	TiCNO (0.5)	3.5	8	65	73	1.12	20
* 6	TiN (0.4)	TiCN2<c> (6.0)[0.6]	TiCN2<c> (3.0)[0.5]	TiCNO (0.5)	4	32	103	120	1.17	33
* 7	TiN (0.4)	TiCN5<c> (8.5)[0.3~1.5]		TiNO (0.5)	3	22	71	77	1.08	42

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

() は層厚み、[] は平均結晶幅を示す。単位は μm である。

TiCN<c> 柱状 TiCN を示す。

クラック間隔が 500 μm を超えて大きなものは全て「>500」と表記する

【0067】

そして、この切削工具を用いて下記の条件により、連続切削試験および断続切削試験を行い、耐摩耗性および耐欠損性を評価した。

【0068】

(連続切削試験)

被削材: ダクタイル鋳鉄スリーブ材 (FCD700)

工具形状: CNMA 120412

切削速度: 250 m/分

送り速度: 0.4 mm/rev

切り込み: 2 mm

切削時間: 20 分

その他: 水溶性切削液使用

評価項目: 顕微鏡にて切刃を観察し、フランク摩耗量・先端摩耗量を測定
(断続試験)

被削材: ダクタイル鋳鉄 4 本溝付スリーブ材 (FCD700)

工具形状: CNMA 120412

切削速度: 200 m/分

送り速度: 0.3 ~ 0.5 mm/rev

切り込み: 2 mm

その他: 水溶性切削液使用

評価項目: 欠損に至る衝撃回数

衝撃回数 1000 回時点で顕微鏡にて切刃の硬質被覆層の剥離状態を観察

【表 3】

試料 No.	耐摩耗試験: 摩耗量(mm)		耐欠損試験 欠損した衝撃回数 (回)	硬質層の状態
	フランク摩耗	先端摩耗		
1	0.14	0.12	4500	異常なし
2	0.18	0.15	5800	異常なし
3	0.16	0.16	6000	異常なし
4	0.18	0.20	5000	異常なし
* 5	0.32	0.29	1100	微小チッピング
* 6	0.25	0.32	2500	チッピング
* 7	0.24	0.21	3000	微小チッピング

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

【0069】

表 1 ~ 3 より、炭窒化チタン層単層からなり炭窒化チタン層全体にクラックが均一細かく存在する試料 No. 5 では、切刃部の硬質被覆層に切削初期からチッピングが発生し、また、このチッピングが要因となって早期に欠損した。

【0070】

さらに、微細な粒径となる同じ条件の炭窒化チタン層を 2 層成膜した試料 No. 6 でも、カロテストの摩耗痕観察において平均クラック間隔が全体的に一樣で、やはりチッピングが発生して 2500 個加工した時点で欠損した。

【0071】

また、炭窒化チタン層を傾斜組成とした試料 No. 7 では、下部組織の平均クラック間隔が上部組織の平均クラック間隔よりも狭くなってしまい(試料 No. 4、5、6 も 0.5 を越えていますが・・・→修正しました。)、炭窒化チタン層の強度が十分ではなく、微小チッピングが発生し、その結果、耐欠損性も低下してしまった。

【0072】

これに対して、本発明に従い、炭窒化チタン層の基体側の下部組織(下部層)の平均クラック間隔よりも、酸化アルミニウム層側の上部組織(上部層)の平均クラック間隔が狭い状態にした構成である No. 1 ~ 4 では、いずれも硬質被覆層の剥離が発生せず、連続切削においても断続切削においても長寿命であり、耐欠損性および耐チッピング性とも優れた切削性能を有するものであった。特に、炭窒化チタン層を多層とした試料 No. 1 ~ 4、中でも下部層の平均クラック間隔が 500 μ m 以上と広がっている、つまりクラックが観察されにくくなっている試料 3 が最も耐摩耗性、耐欠損性ともに優れていた。

【図面の簡単な説明】

【0073】

【図1】本発明の表面被覆切削部材の好適例である表面被覆切削工具をカロテストした摩耗痕の金属顕微鏡像（（a）本発明例、（b）従来例）である。

【図2】図1の表面被覆切削工具の破断面における表面被覆層領域についての走査型電子顕微鏡像である。

【図3】カロテストの試験方法を説明するための模式図である。

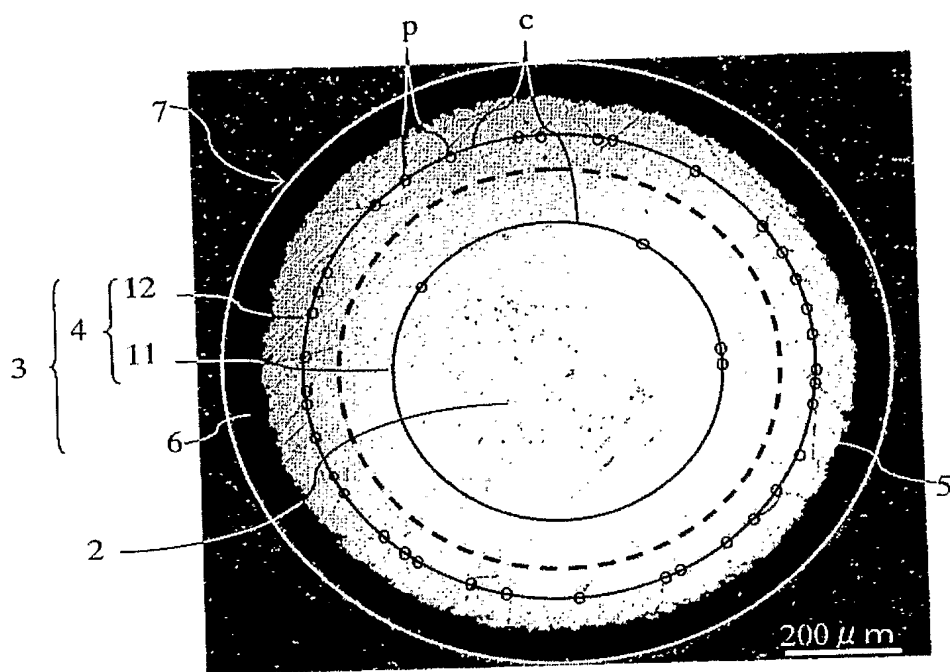
【符号の説明】

【0074】

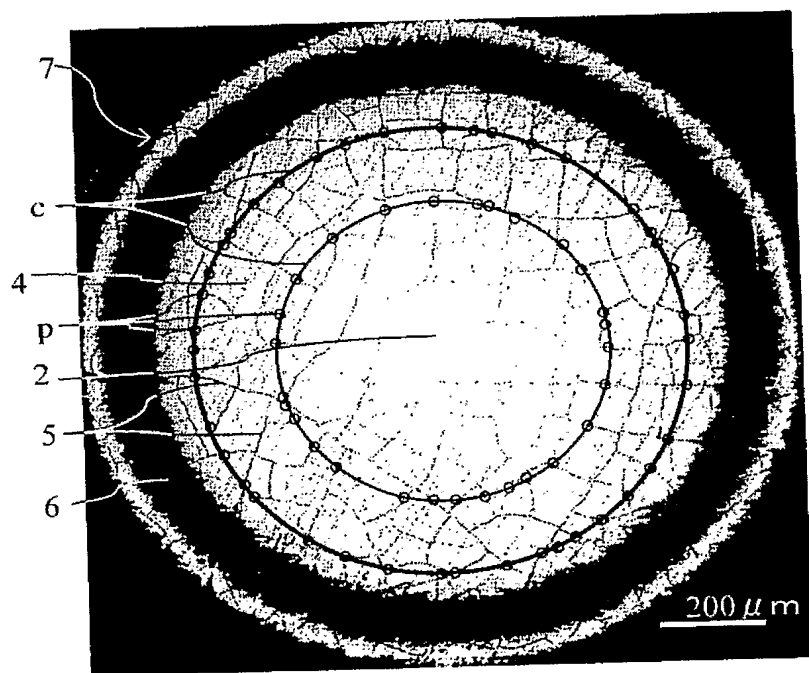
- 1 : 表面被覆切削工具
- 2 : 基体
- 3 : 硬質被覆層
- 4 : 炭窒化チタン (TiCN) 層
- 5 : クラック
- 6 : 酸化アルミニウム (Al₂O₃) 層
- 7 : 摩耗痕
- 11 : 炭窒化チタン層の下部組織
- 12 : 炭窒化チタン層の上部組織
- 13 : 硬質球
- 14 : 支持棒
- 15 : 下部炭窒化チタン層 (下部層)
- 16 : 上部炭窒化チタン層 (上部層)
- 17 : 最下層
- 18 : 中間層
- 19 : 最表面層
- c : 平均クラック間隔を測定する際の円
- p : 円cとクラックとの交点
- x : 炭窒化チタン層の下部組織 (基体側) における平均クラック間隔
- y : 炭窒化チタン層の上部組織 (酸化アルミニウム層側) における平均クラック間隔
- w₁ : 炭窒化チタン層の基体側の平均結晶幅
- w₂ : 炭窒化チタン層のAl₂O₃層側の平均結晶幅
- t₁ : 炭窒化チタン層の下部層の膜厚
- t₂ : 炭窒化チタン層の上部層の膜厚

【書類名】 図面

【図 1】

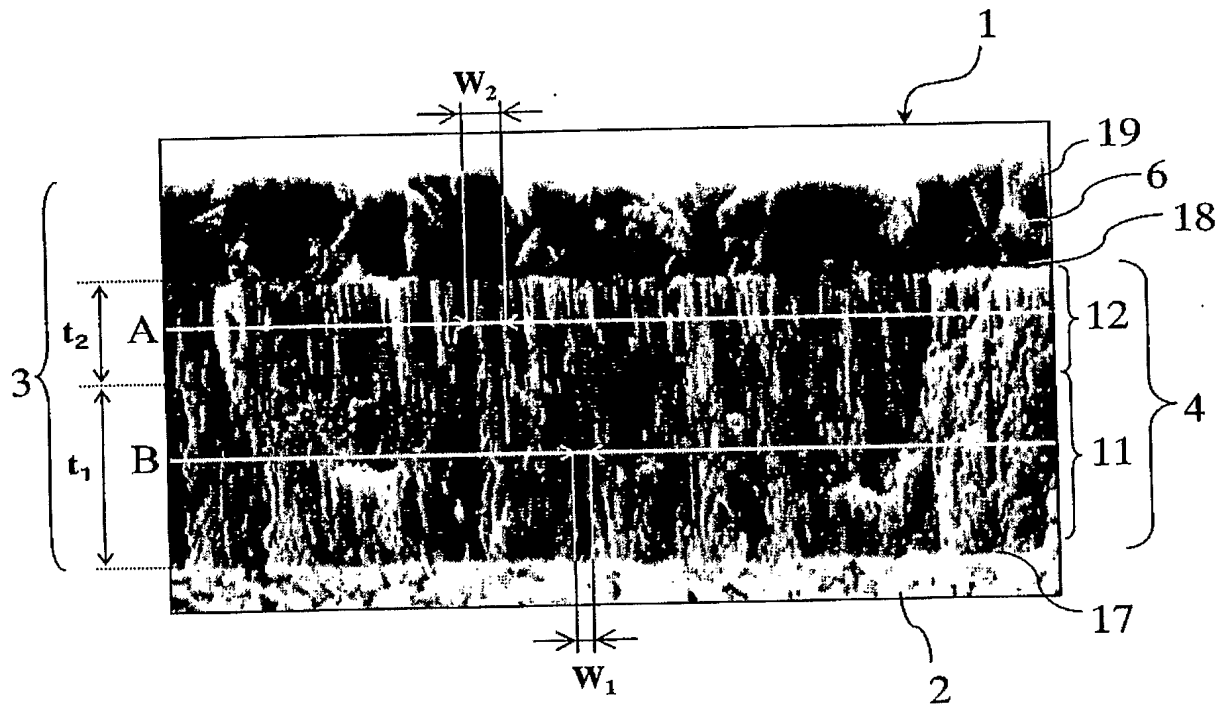


(a)

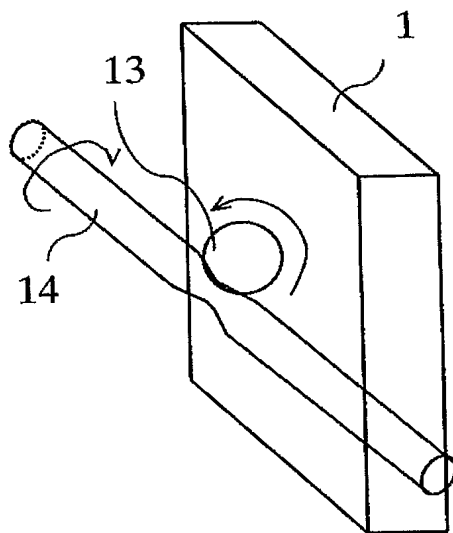


(b)

【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高い強度を有する硬質被覆層を表面に被覆することにより優れた耐欠損性および耐摩耗性を有する長寿命の切削工具を提供する。

【解決手段】 基体 2 の表面に少なくとも炭窒化チタン層 4 と、その上層として酸化アルミニウム層 6 を含む硬質被覆層 3 を有する表面被覆切削工具 1 において、表面被覆切削工具 1 の表面に硬質球 13 を接触させた状態で硬質球 13 がころがりながら自転するように表面被覆切削工具 1 を局所的に摩耗させた摩耗痕 7 の中心に基体 2 が露出するように硬質被覆層 3 を球曲面に摩耗させるカロテストの摩耗痕 7 を観察した際に、摩耗痕 7 の中心に存在する露出した基体 2 の周囲に観察される炭窒化チタン層 4 が、クラックが存在しないか／もしくは平均クラック間隔が広い下部組織 11 と、下部組織 11 の周囲に観察されて下部組織 11 よりも平均クラック間隔が狭い上部組織 12 とが存在する構成とする。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 4 - 0 9 6 8 1 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 6 6 3 3]

1. 変更年月日

1 9 9 8 年 8 月 2 1 日

[変更理由]

住所変更

住 所

京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地

氏 名

京セラ株式会社